

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-011946

(43)Date of publication of application : 19.01.1999

(51)Int.Cl.

C01G 15/00  
B22F 1/00  
C01G 19/00  
C23C 14/08  
C23C 14/34

(21)Application number : 10-141285

(71)Applicant : WC HERAEUS GMBH

(22)Date of filing : 22.05.1998

(72)Inventor : LUPTON DAVID FRANCIS DR  
SCHIELKE JOERG  
GORYWODA MAREK DR  
SEROLE BERNARD  
SCHOELZ FRIEDHOLD

(30)Priority

Priority number : 97 19721649 Priority date : 23.05.1997 Priority country : DE

(54) PRODUCTION OF CRYSTALLINE SOLID SOLUTION POWDER, CRYSTALLINE SOLID SOLUTION POWDER OF INDIUM-TIN-OXIDE, ITO SPUTTERING TARGET AND ITO COATING FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a powder having low electric resistivity below a specific value by allowing an indium-tin alloy to react with oxygen and subjecting the product to jet-cooling with a gas stream having a specific flow rate at an outlet and capable of cooling at a specific cooling rate in a specific temp. range to form a solid solution containing an equal to or above a specific quantity of an indium-tin-oxide solid solution phase in the crystal lattice of indium oxide.

SOLUTION: The jet-cooling is performed by the gas stream having 300-500 m/sec flow rate and capable of cooling the material at 105-108 K/sec cooling rate to 50-400° C. The temp. of the gas stream for performing the jet-cooling is 100-220 K. The indium-tin-oxide solid solution phase in the crystal lattice of indium oxide is controlled at least to 90 vol.%. The electric resistivity of the resultant crystalline solid solution is <100 Ωcm. The crystalline solid solution powder is used for indium-tin-oxide sputtering for forming a thin film having a particularly low electric resistivity or as a vacuum coating target.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.07.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2888340

[Date of registration] 19.02.1999

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-11946

(43) 公開日 平成11年(1999) 1月19日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	F I	
C 0 1 G 15/00		C 0 1 G 15/00	B
B 2 2 F 1/00		B 2 2 F 1/00	R
C 0 1 G 19/00		C 0 1 G 19/00	A
C 2 3 C 14/08		C 2 3 C 14/08	D
14/34		14/34	A

審査請求 有 請求項の数13 OL (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平10-141285

(22) 出願日 平成10年(1998) 5月22日

(31) 優先権主張番号 1 9 7 2 1 6 4 9 . 8

(32) 優先日 1997年 5月23日

(33) 優先権主張国 ドイツ (DE)

(71) 出願人 390023560

ヴェー ツェー ヘレーウス ゲゼルシャ  
フト ミット ベシユレンクテル ハフツ  
ング

W. C. HERAEUS GESELLS  
CHAFT MIT BESCHRANK  
TER HAFTUNG

ドイツ連邦共和国 ハナウ ヘレーウスシ  
ユトラーセ 12-14

(72) 発明者 デイヴィッド フランシス ラプトン

ドイツ連邦共和国 ゲルンハウゼン アム  
ライン 8

(74) 代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外 3 名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 結晶質固溶体粉末の製造方法、インジウム-錫-酸化物の結晶質固溶体粉末、ITOスパッタリ  
ングターゲット及びITO被膜

(57) 【要約】

【課題】 結晶質固溶体粉末の製造方法を提供する。

【解決手段】 少なくとも2つの反応体をプラズマアーク内で反応させ、該反応生成物をプラズマ室の出口で高速ガス流で噴射冷却する。

【効果】 第1反応体としてインジウム-錫合金及び第2反応体として酸素を使用すると、理論的密度の40%に圧縮した場合、約2Ωcmの電気抵抗率を有するITO結晶質固溶体粉末が得られ、このITO結晶質固溶体粉末は特に高い導電率、ひいては達成可能な高いスパッタリング速度を有するITOターゲットを製造するために好適である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 反応体のための入口と、ガス供給装置を備えた出口とを有する溶融材料を得るためのプラズマ室のプラズマーク内で少なくとも 2 つの反応体を反応させ、その際第 1 反応体として溶融金属合金及び第 2 反応体としてガスを使用することにより結晶質固溶体粉末を製造する方法において、

第 1 反応体としてインジウム-錫合金及び第 2 反応体として酸素を使用し、かつ結晶質固溶体粉末が  $100\ \Omega\ \text{cm}$  未満の電気抵抗率を有しており、

その際プラズマーク内で反応した材料をプラズマ室の出口で、 $300\ \text{m/s} \sim 500\ \text{m/s}$  の速度を有しかつ該材料を  $10^5\ \text{K/s} \sim 10^8\ \text{K/s}$  の範囲内の冷却速度で  $50^\circ\text{C} \sim 400^\circ\text{C}$  の温度に冷却するガス流で噴射冷却して、酸化インジウムの結晶格子内にインジウム-錫-酸化物結晶質固溶体相少なくとも 90 容量%を含有する結晶質固溶体粉末を製造することを特徴とする、結晶質固溶体粉末の製造方法。

【請求項 2】 材料を冷却するためのガス流がマッハ 1 以上の速度を有する、請求項 1 記載の結晶質固溶体粉末の製造方法。

【請求項 3】 材料を冷却するためのガス流が  $100\ \text{K} \sim 220\ \text{K}$  の範囲内の温度を有する、請求項 1 記載の結晶質固溶体粉末の製造方法。

【請求項 4】 冷却速度が  $10^6\ \text{K/s} \sim 10^8\ \text{K/s}$  の範囲内にある、請求項 1 記載の結晶質固溶体粉末の製造方法。

【請求項 5】 酸化インジウムの結晶格子内にインジウム-錫-酸化物結晶質固溶体相少なくとも 90 容量%を含有し、かつ、該インジウム-錫-酸化物結晶質固溶体粉末をその理論的密度の 35～50%に圧縮した場合、 $0.01\ \Omega\ \text{cm} \sim 95\ \Omega\ \text{cm}$  の範囲内の電気抵抗率を有することを特徴とする、インジウム-錫-酸化物の結晶質固溶体粉末。

【請求項 6】  $0.03\ \mu\text{m} \sim 0.2\ \mu\text{m}$  の範囲内の平均一次粒度で最大  $3\ \text{m}^2/\text{g}$  のブルナウアー-エメッター（BET）法に基づく比表面積を有する、請求項 5 記載の結晶質固溶体粉末。

【請求項 7】 インジウム-錫-酸化物結晶質固溶体粉末をその理論的密度の 40%に圧縮した場合、 $0.01\ \Omega\ \text{cm} \sim 20\ \Omega\ \text{cm}$  の範囲内の電気抵抗率を有する、請求項 6 記載の結晶質固溶体粉末。

【請求項 8】  $5 \times 10^{20}\ \text{cm}^{-3} \sim 30 \times 10^{20}\ \text{cm}^{-3}$  の範囲内の電荷キャリアの濃度を有する、請求項 5 記載の結晶質固溶体粉末。

【請求項 9】  $0.03\ \mu\text{m} \sim 0.2\ \mu\text{m}$  の範囲内の平均一次粒度で最大  $3\ \text{m}^2/\text{g}$  のブルナウアー-エメッター（BET）法に基づく比表面積を有する、請求項 8 記載の結晶質固溶体粉末。

【請求項 10】 請求項 1 記載の方法に基づき製造され

た、酸化インジウムの結晶格子内にインジウム-錫-酸化物少なくとも 90 容量%を含有するインジウム-錫-酸化物の結晶質固溶体粉末。

【請求項 11】 請求項 10 記載の結晶質固溶体粉末の焼結体からなる ITO スパッタリングターゲット。

【請求項 12】 請求項 11 記載の ITO ターゲット使用したスパッタリングにより製造された ITO 被膜。

【請求項 13】 請求項 11 記載の ITO ターゲット使用したスパッタリングにより製造されかつ約  $10 \sim 10^{20}\ \text{cm}^{-3}$  の電荷キャリア濃度を有する ITO 被膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、少なくとも 2 つの反応体を高温で反応させかつ次いで該反応生成物を高速ガス流内で急冷することにより、低い電気抵抗率を有する結晶質固溶体粉末を製造する方法に関する。該反応は、反応体のための入口と、ガス供給ユニットを備えた出口とを有する溶融材料を得るためのプラズマ室のプラズマーク内で実施し、その際溶融金属又は合金を第 1 反応体としてかつガスを第 2 反応体として使用する。本発明はまた、前記方法により製造された結晶質固溶体粉末、特にインジウム-錫-酸化物結晶質固溶体粉末及び該粉末を、特に低い電気抵抗率を有する薄膜を製造するための ITO スパッタリング又は真空被覆ターゲットとして使用することに関する。

## 【0002】

【従来の技術】結晶質固溶体粉末を製造するために若干の方法は公知である。多数の刊行物において、特殊な興味は、インジウム-錫-酸化物（ITO）スパッタリングターゲットのために使用される ITO 粉末、及びその製造に集約される。この関係において、ターゲットの高い導電率が所望の特徴として見なされる。それというのも、これは ITO ターゲットでの高いスパッタリング速度を可能にするからである。ターゲットの高い導電率は、実質的に焼結によりターゲットを製造するために使用される ITO 粉末の電気抵抗率により決定される。同様に、ITO ペーストを使用して形成された高導電性被膜は、相応して低い電気抵抗率を有する ITO 粉末を必要とする。

【0003】欧州特許出願公開第 386932（A1）号明細書は、インジウム-錫-酢酸塩の濃縮した混合塩の熱分解により ITO 粉末を製造する方法を開示している。この複雑な方法により、これらの粒子特性に関して特殊な特性を有する ITO 粉末が得られる。更に、このような粉末はターゲットに加工され、該ターゲットを用いて真空被覆（スパッタリング）装置で ITO 被膜を得ることができる。また、欧州特許出願公開第 386932 号明細書は、これらの ITO 被膜の導電率に関するデータを提供しているが、該 ITO 粉末の導電率又は電気抵抗率又はこの特性に影響するプロセスパラメータにつ

いては言及していない。

【0004】ITO粉末を製造するためのもう1つの化学的方法は、硝酸インジウム溶液から水酸化インジウム及び塩化錫溶液から水酸化錫又は水和酸化錫を沈殿させかつ焼成することによる。しかしながら、これらの又は前記のITO粉末の電気抵抗率に関する定量的データは一般に利用できない。塩を焼成することにより製造される粉末の抵抗率は、一般に不満足な高さを有することが判明している。同様に、結晶質固溶体粉末の電気抵抗率と、このような粉末を製造するために使用される方法を特徴付ける個々の方法的特徴又はパラメータとの間の相関関係については僅かな情報が提供されているに過ぎない。

#### 【0005】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の課題は、 $100\Omega\text{cm}$ 未満の低い電気抵抗率を有する結晶質固溶体粉末、特にインジウム-錫-酸化物粉末を製造する方法であって、しかも如何なる湿式化学的工程を含まない方法を提供することである。この方法で得られた結晶質固溶体粉末は、還元雰囲気下でのアニーリングのような更なる処理を必要とせずに粉末冶金法において更に加工するために好適であるべきである。もう1つの課題は、薄膜に低い抵抗率特性を付与することができる低い電気抵抗率を有する真空被覆又はスパッタリングターゲットを提供すること及びそのような低い抵抗率（高い導電率）被膜を提供することである。

#### 【0006】

【課題を解決するための手段】前記課題は、プラズマ室内のプラズマアーク内で反応した熔融材料を、プラズマ室の出口で、該材料を $10^5\text{K/s}$ （ケルビン/秒）～ $10^8\text{K/s}$ の範囲内の冷却速度で $50^\circ\text{C}\sim 400^\circ\text{C}$ の温度に冷却するガス流で噴射冷却（blast-cooling）して、電子伝導性酸素空格子点（oxygen vacancies）が粉末の導電率を増大する結晶質固溶体粉末を製造することにより、特に低い電気抵抗率（高い導電率）粉末を製造することにより解決される。

#### 【0007】

【発明の実施の形態】次に図示の実施例につき本発明を詳細に説明する。

【0008】導電率又はその逆の電気抵抗率は、以下の要因により影響を受けかつ最適化される：熔融温度で平衡状態で存在するアニオン空格子点を“フリージング”することによる電荷キャリアの濃度の最大化、電荷キャリアの移動度に対するドーパント元素の原子、結晶質固溶体格子内の均一及び完全な分布、熔融酸化物の結晶化により製造された結晶質固溶体粒子の高い密度。

【0009】更に、粉末冶金法は、高密度のITO粉末で容易に達成される。これらの圧縮粉は、また高い密度及び比較的低い電気抵抗率を示す。

【0010】電気抵抗率に影響する電荷キャリアの濃度

及び移動度に関する前記の機構は、より詳細には米国特許第5,580,641号明細書に特にインジウム-錫-酸化物に関して説明されている。該明細書には、就中、電荷キャリアはドーパントSn原子及び酸素空格子点の両者を含むという事実を説明している。Snは元素周期表の第IV族の元素でありかつInは第III族の元素であるので、Sn原子と酸素空格子点の両者は $\text{In}_2\text{O}_3$ 結晶格子中の過剰電子の濃度を上昇させる。 $\text{In}_2\text{O}_3$ は部分的にイオン結合特性及び部分的に共有結合特性を有する（Si又はGeは共有IV-IV結合を有する“古典的”半導体として見なすことができるのに対して）ので、過剰の電子は高い移動度を有する。更に、米国特許第5,580,641号明細書には、酸素イオンをITO被膜に注入することにより、酸素空格子点と電子ドナーの両者を電荷キャリアとして除去しかつ被膜を大部分絶縁体に転化できると記載されている。

【0011】非ドーブ及び錫ドーブインジウム酸化物単結晶における電気抵抗率と電荷キャリアの濃度又は移動度との関係は、S. J. Wen et al., Journal of Solid State Chemistry 101, 203-210 (1992), “Electrical Properties of Pure  $\text{In}_2\text{O}_3$  and Sn-Doped  $\text{In}_2\text{O}_3$  Single Crystals and Ceramics”に論述されている。該文献には、非ドーブ単結晶中の電荷キャリアの移動度は濃度が増大するに伴い低下すると記載されている。錫をドーブすると、電荷キャリアの濃度と移動度の両者が増大し、このことは $\text{SnO}_2$  10モル%に相当する錫含量で電気抵抗率の既知の最低をもたらす。上記文献に記載された非ドーブインジウム酸化物単結晶は、 $1250^\circ\text{C}\sim 1300^\circ\text{C}$ の温度で成長しかつ約 $1.8\times 10^{19}\text{cm}^{-3}$ で示される低い電荷キャリア濃度を有する。錫ドーブ単結晶は僅かに高い電荷キャリア濃度、即ち $2.8\times 10^{20}\text{cm}^{-3}$ で示される濃度を有する。米国特許第5,580,641号明細書によれば、低い電気抵抗率を有する典型的ITO被膜は、それぞれ $3\times 10^{20}\text{cm}^{-3}$ の酸素空格子点濃度及び錫電子ドナー濃度を有する〔これは上記特許明細書中に詳細に示されているように、各酸素空格子点から2個のキャリア及び各10個の錫原子に関して約1個の電子を基礎として総計 $9\times 10^{20}\text{cm}^{-3}$ の電荷キャリア（即ち電子）を生じる〕。

【0012】これらの刊行物を基礎として、酸化インジウム結晶質固溶体格子内の酸素空格子点及び電子ドナーの高い濃度は、高い導電率及び低い比抵抗を生じることが明らかである。

【0013】本発明は、酸化物固溶体中の酸素空格子点の濃度は、それを固体状態で可能な限り高い温度に曝しかつこの状態を急速な冷却により低温で安定化すれば、増大させることができるという事実を基礎とする。この点に関して最高可能な温度は、丁度融点未満の温度として定義される。

【0014】前記考察は、インジウム-錫-酸化物、酸化

チタン、酸化亜鉛、酸化ガリウム及びその他の窒化チタン及び窒化ガリウムを含む非酸化物化合物にも当てはまる。

【0015】前記見解から出発して、低い電気抵抗を有する固溶体粉末の製造方法が提供され、該方法は、高温（例えばプラズマアーク）で反応させることにより適当にドーブした金属溶融物を製造し、次いで該反応生成物を急速に冷却して、低い非抵抗及び適当に高い熱伝導率の両者を有することを特徴とする結晶質固溶体粉末を形成することによる。該方法は、ドイツ国特許第19540379号明細書から公知の方法を基礎とし、該明細書には、プラズマアーク内で約2000℃～3000℃で反応した溶融材料は、100Ωcmよりも低い、低い電気抵抗率を有する結晶質固溶体粉末を得るためには、プラズマ室から排出する際に10<sup>5</sup>K/sよりも高い冷却速度で冷却しなければならないことが記載された。

【0016】有利には、結晶質固溶体粉末の冷却速度は、10<sup>5</sup>K/s～10<sup>8</sup>K/sの範囲内にある。しかしながら、10<sup>8</sup>K/sを越える極端に高い冷却速度では、結晶質固溶体粉末が結晶でなく、無定形で固化する、従って異なった粉末特性が生じるという危険が存在する。

【0017】米国特許第5,723,027号明細書（Bernard Serole）は、本発明で使用するために変更することができる種々のプラズマアーク装置（米国特許第5,723,027号明細書の図1～4参照）を開示している。米国特許第5,723,027号明細書の図7に示された装置に類似したものが有利に使用される。

【0018】材料を冷却するために適するガス流の速度は、有利には300m/s（メートル/秒）～500m/s（メートル/秒）の範囲内にある。マッハ1以上（超音速）の速度を使用するのが有利である。ガスがノズルから出る際のガスの急速な膨脹が、有利な急冷特性を提供する。

【0019】噴射冷却効果を達成するためには、ガス流の温度は、極めて低い、即ち100K～220K（約-173℃～-53℃）の範囲内にある。

【0020】プラズマ室内に導入される第1の反応体として溶融した錫合金及び第2の反応体として酸素（一般には酸素源として空気又は富化空気が使用される）を使用するのが有利であることが立証された。プラズマアーク内で反応しかつ次いで本発明に基づき方法により急速に冷却される上記の2つの反応体を用いて、酸化インジウムの結晶格子内に結晶質固溶体相少なくとも90容量%を含有するインジウム-錫-酸化物結晶質固溶体粉末が得られる。

【0021】インジウム-錫-酸化物結晶質固溶体粉末内で、錫ドーブインジウム-酸化物からの急激な冷却は、酸化インジウム結晶格子内のインジウム格子部位における錫原子の最適なランダム分布をもたらす、かつこのこと

は前記に説明したように、ITO結晶質固溶体粉末の低い電気抵抗率をもたらす。

【0022】このITO粉末は、その理論的密度の35～50%に圧縮すると、0.01Ωcm～95Ωcmの範囲内の電気抵抗率を有する。比抵抗は、ITO粉末においてはそれをシンプルプレス型に充填しかつ単軸方向プレスでその理論値の35%以上、有利には40%まで圧縮することにより決定される。圧縮中に、圧縮物を横切る電圧降下を連続的に一定の電流で測定し、かつそれにより電気抵抗率を計算する。その際、プレス型の上面及び底面ラムを電極及び対電極として使用する。ITOの複数の製造バッチでの繰り返し測定により、一貫して低い電気抵抗率が確認された。タップ密度2.7g/cm<sup>3</sup>を有する粉末充填体ですら、該ITO粉末は、10Ωcmの最大電気抵抗率を有する。

【0023】該ITO結晶質固溶体粉末の低い電気抵抗率又は高い導電率は、釣り合った高い電荷キャリア濃度を有する。本発明に基づく粉末の電荷キャリア濃度は、電気抵抗率の考察から5×10<sup>20</sup>cm<sup>-3</sup>～30×10<sup>20</sup>cm<sup>-3</sup>の範囲内にあると推察することができる。

【0024】有利には、該ITO粉末、ブルナウアー-エメット-テラー（BET）法に基づき0.03μm～0.2μmの範囲内の平均一次粒度で最大3m<sup>2</sup>/gの比表面積を有する。この関係において、比較的小さいBET表面積と同様に小さい一次粒度の組み合わせは、気孔不含の、ほぼ球形の粒子のためにのみ可能であることが認められる。また該粉末を用いた実験により、該粉末は、市販されているITO粉末と比較すると著しく加工性を改良する好ましい粒子特性を有することが明らかである。このような加工性は、比較抵抗測定のための圧縮による粉末製造において既に極めて明白である：初期に市販されたITO粉末は、適当な圧縮度を達成するためには比較的高いプレス圧を必要とするが、それに対して本発明に基づくITO粉末は既に単にタッピング又は振動により抵抗測定のために好適な度合いまで圧縮することができる。本発明に基づくITO粉末の粒子形状及び粒度分布は、加工のために、特にプレスによる成形のために最適に適合する。

【0025】

【実施例】次に実施例により、本発明を一層詳細に説明する。

【0026】本発明による方法のためには、細長い、ほぼ放物面体のプラズマ室を有し、その端部の一方に第1反応体としてのインジウム-錫溶融物（In90.4重量%/Sn9.6重量%）及び第2反応体としての酸素40容量%に富化された空気からなるガス流のために入口を備えた装置（例えば米国特許第5,723,027号明細書、図4又は7に示されている）を使用するのが有利である。2つの反応体を、先細の放物面体のプラズマ室の中心部で安定化されたプラズマアーク内で反応させ

る。反応した材料を、該プラズマ室から前記入口の反対側に配置された出口を介して排出し、かつ、出口でガス供給装置を介して流入するガス流により加速する。また、この際作用するガス流は、周囲温度の空気流からなり、かつ  $420\text{ m/s}$  の速度を有する。  $30\text{ cm}$  の行程に亘り、約  $350^\circ\text{C}$  の端部温度を有する ITO 結晶質固溶体粉末が、該ガス流により得られる。この粉末は以下の特性により特徴付けられる：

BET に基づく比表面積： $2.3\text{ m}^2/\text{g}$ ；

平均粒度： $0.15\text{ }\mu\text{m}$ （走査電子顕微鏡で測定）；

理論的密度で  $40\%$  の電気抵抗率： $2\text{ }\Omega\text{ cm}$ 。

【0027】抵抗率測定のために使用した装置は図 1 に示されている。

【0028】ITO 粉末 1 を、ダイ 2 及び上方及び下方ラム 3、4 を備え、その際上方及び下方ラム 3、4 はプレス工程中には互いに向かって移行するプレス装置 5 に充填した。上方及び下方ラム 3、4 に金製接点 6 を配設し、これの接点を、図 1 に参照番号 1 で示されているような一定の電流における圧縮した粉末試料を横切る電圧降下（図 1 に U で示されている）をダイ 2 内の ITO 粉末の圧縮過程で連続的に測定することができるように、電流センサ間または測定トランスジューサと接続した。また、前記実施例で製造した、本発明に基づく ITO 粉末と比較するために、一般に市場で入手される ITO 粉末の比電気抵抗を図 1 に示した装置で測定した。これはこのような粉末に関する当業者における期待値を示す。

【0029】本発明に基づく ITO 粉末の密度の関数としての電気抵抗率の変化（曲線 2）は、一般に市販の ITO 粉末の電気抵抗率（曲線 2）と比較して図 2 にプロットされている。電気抵抗率の値は対数でプロットされている。電気抵抗率に関する基準値は、 $3\text{ g/cm}^3$  の密度で測定した値として示されている。インジウム-錫-酸化物に関して、これは理論的密度の約  $40\%$ （ $7.14\text{ g/cm}^3$ ）に相当する。本発明に基づく ITO 粉末は、 $2\text{ }\Omega\text{ cm}$  の電気抵抗率を有し、又は換言すれば該比抵抗は一般に市販されている ITO 粉末よりも  $10^2$  程小さい。

【0030】更に使用するために、前記に特徴付けた本

発明に基づく ITO 結晶質固溶体粉末を慣用の方法で ITO ターゲットに加工した。より詳細には、該粉末を真空化したステンレススチールカプセル内で圧力  $50\text{ MPa}$  及び温度  $970^\circ\text{C}$  で 4 時間熱間静水圧焼結条件下で圧縮した。本発明に基づく製造方法により ITO 結晶質固溶体粉末内の電荷キャリアとして得られた凍結酸素空格子点（“frozen” oxygen vacancies）は、驚異的にもこの焼結工程中大部分存在し続けた（空気雰囲気下での無圧焼成とは異なる）、従って該粉末から製造されたターゲット内での高い電荷キャリア濃度を保証した。生じたターゲットを熱間静水圧圧縮後に焼結したブロックから厚さ  $8\text{ mm}$  のプレートとして切断し、かつ ITO 被膜を形成するためにマグネトロンスパッタリング装置で使用した。意外外にも、該スパッタリング法でも、電荷キャリア濃度は維持されると見なされ、約  $10 \times 10^{20}\text{ cm}^{-3}$  であることが測定された電荷キャリア濃度を有する ITO 被膜が該ターゲットを使用することによりガラス基板上に析出した。ITO 被膜の電荷キャリア濃度は、本発明に基づく ITO 結晶質固溶体粉末の電荷キャリア濃度に相当した。従って、特殊な加工条件により粉末に初期に付与された高い導電率（低い抵抗率）は、焼結にもかかわらず生き残り特に高い導電率を有するターゲットを形成し、かつまたスパッタリング（又は真空蒸着）にもかかわらず生き残り特に高い導電率を有する被膜を形成するものと見なされる。

【0031】前記明細書の記載は説明のためだけのものであり、本発明を制限するものではなく、かつ、本発明の技術思想から逸脱することがなく種々の修正及び変更が可能であることは自明なことである。

【図面の簡単な説明】

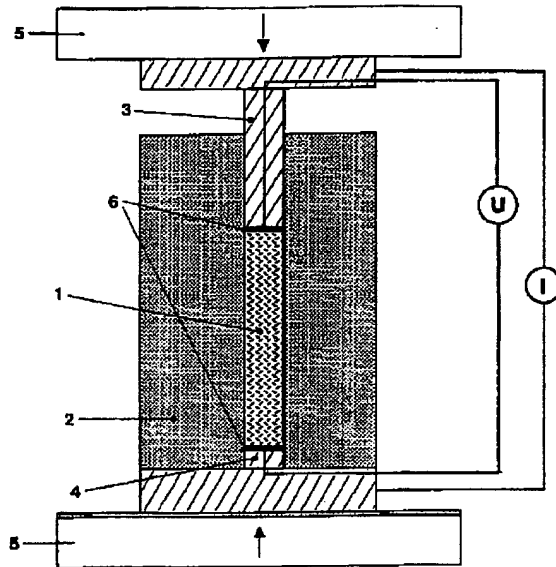
【図 1】本発明による粉末の電気抵抗率を測定するための装置の略示構成図である。

【図 2】本発明による粉末の電気抵抗率と、市販製品において当業者が考える期待値との比較を示すグラフである。

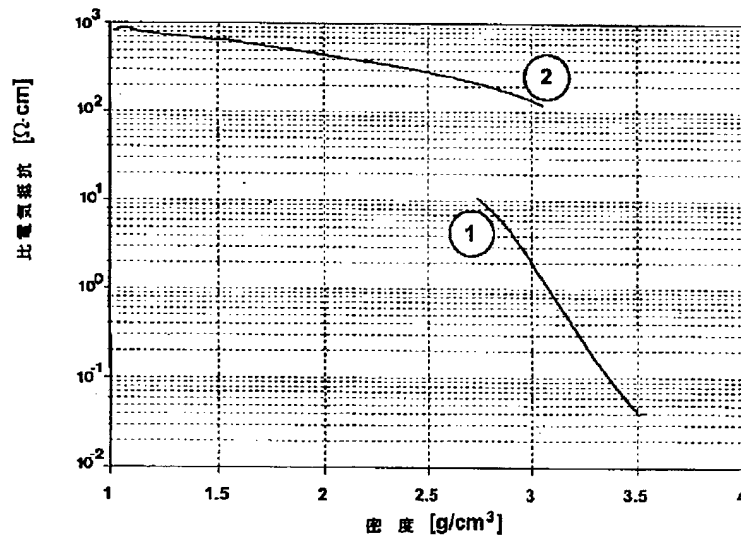
【符号の説明】

1 ITO 粉末、 2 ダイ、 3 上方ラム、 4 下方ラム、 5 プレス装置、 6 金製接点

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 イェルク シールケ  
ドイツ連邦共和国 ブルーフェーベル シ  
ュヴァイツァーガッセ 1

(72)発明者 マーレク ゴリヴォダ  
ドイツ連邦共和国 ハナウ フランクフル  
ター ラントシュトラッセ 40 アー

(72)発明者 ベルナール セロレ  
フランス国 ペリン ランフェル (番地  
なし)

(72)発明者 フリートホルト シェルツ  
ドイツ連邦共和国 ローデンバッハ アル  
ツェナウアー シュトラッセ 78